

УДК 658.6
ББК 36-9
М 54

Авторы-составители: И. Ю. Ухарцева, канд. техн. наук, доцент;
Ж. В. Кадолич, канд. техн. наук, доцент;
Е. Н. Суворова, ст. преподаватель

Рецензенты: С. В. Зотов, канд. техн. наук, ведущий научный
сотрудник Института механики металлополимерных
систем им. В. А. Белого НАН Беларуси;
М. Ф. Бань, канд. техн. наук, доцент Белорусского
торгово-экономического университета
потребительской кооперации

Рекомендован к изданию научно-методическим советом учрежде-
ния образования «Белорусский торгово-экономический университет
потребительской кооперации». Протокол № 2 от 9 декабря 2014 г.

М 54 **Методы и средства исследований** : практикум для реализации содержа-
ния образовательных программ высшего образования I ступени / авт.-сост. :
И. Ю. Ухарцева, Ж. В. Кадолич, Е. Н. Суворова. – Гомель : учреждение об-
разования «Белорусский торгово-экономический университет потребитель-
ской кооперации», 2015. – 24 с.
ISBN 978-985-540-257-3

Издание предназначено для студентов специальности 1-25 01 14 «Товароведение
и торговое предпринимательство» специализации 1-25 01 14 02 «Товароведение и ор-
ганизация торговли продовольственными товарами» заочной формы получения выс-
шего образования. Выполнение заданий практикума направлено на закрепление тео-
ретических сведений по учебной дисциплине «Методы и средства исследований».

**УДК 658.6
ББК 36-9**

ISBN 978-985-540-257-3

© Учреждение образования «Белорусский
торгово-экономический университет
потребительской кооперации», 2015

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Контроль качества продовольственного сырья и пищевых продуктов – это сложная аналитическая задача, при решении которой следует правильно выбрать метод анализа исследуемого объекта, а также учитывать особенности его состава и физико-химической структуры. Классические методы исследования постоянно совершенствуются, появляются новые методики, базирующиеся на хорошо изученных физико-химических законах и явлениях. Знание и правильный выбор метода исследований – залог объективности результатов и возможности осуществления целого комплекса направлений в товароведной экспертизе.

Цель практикума – приобретение студентами практических навыков в использовании различных методов экспертизы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов.

Каждая работа практикума содержит перечень вопросов для самоконтроля знаний, что существенно поможет студенту при самостоятельной работе по изучаемой теме.

В процессе выполнения лабораторных работ по дисциплине «Методы и средства исследований» записи в рабочем журнале следует выполнять в соответствии с определенными правилами:

- на обложке рабочего журнала должны быть указаны фамилия, имя и отчество студента, номер группы, учебный год;
- записи следует вести систематически, четко, аккуратно, по определенным схемам, описанным при соответствующих анализах;
- каждая лабораторная работа должна быть подписана преподавателем и защищена.

ПРИМЕРНЫЙ ТЕМАТИЧЕСКИЙ ПЛАН ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Тема	Количество часов
Характеристика ощущений и их значение в оценке качества пищевых продуктов	4
Титриметрический метод анализа	2
Электрохимические методы исследования. Потенциометрический метод анализа	2
Оптические методы исследования. Рефрактометрический метод анализа	2
Итого	10

Лабораторная работа 1 ХАРАКТЕРИСТИКА ОЩУЩЕНИЙ И ИХ ЗНАЧЕНИЕ В ОЦЕНКЕ КАЧЕСТВА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Цели работы – изучить основные понятия, используемые в сенсорном анализе; научиться распознавать основные вкусовые ощущения и запахи; овладеть методами определения порога вкусовой чувствительности и порогов разницы интенсивности вкуса, обоняния и цвета.

Материальное обеспечение

1. Наборы рабочих растворов вкусовых веществ.
2. Наборы обозначенных пахучих веществ.
3. Образцы закодированных пахучих веществ.
4. Наборы окрашенных растворов разной интенсивности.
5. Ложки, салфетки, стаканы (чашки).
6. Дистиллированная вода.
7. ГОСТ Р ИСО 5492-2005 Органолептический анализ. Словарь. Введ. 01.01.07. М. : Стандартинформ, 2007. 20 с.

Задание 1.1. Понятия, используемые в методах исследования пищевых продуктов

Изучите основные понятия и термины, используемые при исследовании пищевых продуктов, руководствуясь ГОСТ Р ИСО 5492-2005:

сенсорный анализ, органолептическая оценка, вкус, кинестезия, сенсорная усталость, порог обнаружения, порог распознавания, предельный порог, флейвор, вкусность, аромат, нюанс (нота), запах, букет, текстура, зернистость, адгезионная способность, вязкость, консистенция, тело, цвет.

Определения перечисленных выше терминов занесите в таблицу 1.

Таблица 1 – Термины и определения, относящиеся к органолептическому анализу

Термин	Определение
--------	-------------

Задание 1.2. Проверка на «вкусовой» дальтонизм

При выполнении данного задания у каждого студента определяется индивидуальная способность распознавать основные виды вкуса: сладкий, соленый, горький, кислый.

Проверка на «вкусовой» дальтонизм осуществляется путем опробования специально приготовленных растворов вкусовых веществ, помещенных в колбы, имеющих закодированное обозначение.

Каждому испытуемому предлагается пять колб, в четырех из которых находятся растворы веществ, а в пятой – дистиллированная вода. При проверке вкусовой чувствительности исследуемая проба, объемом не менее 15 мл, вводится в ротовую полость ложкой с таким расчетом, чтобы омыть всю полость рта. После каждого опробования следует сделать паузу в 1–2 мин. Обязательным является промывание ротовой полости чистой водой после каждой оценочной процедуры.

Следует помнить, что работа проводится *каждым студентом самостоятельно и в процессе исследования не допускается обмен мнениями.*

Используя предложенные рабочие растворы вкусовых веществ, проведите определение основных вкусов. Результаты проверки представьте по форме таблицы 2.

Таблица 2 – Результаты проверки на «вкусовой» дальтонизм

Вид вкуса	Название вещества, определяющего вкус	Код образца
Сладкий	Сахароза	
Соленый	Хлористый натрий	

Окончание таблицы 2

Вид вкуса	Название вещества, определяющего вкус	Код образца
Кислый	Лимонная кислота	
Горький	Хинингидрохлорид	

Лица, прошедшие проверку, признаются способными к идентификации вкусов и годными для проверки вкусовой чувствительности.

Задание 1.3. Проверка порога вкусовой чувствительности

При проверке порога вкусовой чувствительности необходимо определить минимальную концентрацию вещества (соленого, сладкого, кислого, горького), при которой испытуемый распознает вкус в сравнении с установленными значениями. Проведение данного испытания является вторым этапом при отборе кандидатов в дегустаторы.

Для проведения испытаний студентам предлагаются наборы рабочих растворов вкусовых веществ, которые имеют буквенное и числовое обозначение – код. Буква кода обозначает вид вкуса, цифра – степень его разведения. Например, вид соленого вкуса – Б, концентрация раствора 0,05% обозначена как Б/1; концентрация 0,08% – Б/2 и т. д.

Проверку порога вкусовой чувствительности проведите в следующем порядке:

1. Используя подготовленные рабочие растворы, установите наличие вкусового возбудителя и охарактеризуйте его качество (сладкий, соленый, кислый, горький).

2. Определите порог вкусовой чувствительности, т. е. интенсивность вкусового возбудителя по условной шкале впечатлений:

- (–) впечатление полностью отсутствует;
- (+) вкус воспринимается, но ощущается очень слабо (порог чувствительности);
- (++) вкус опознан (порог распознавания).

3. Результаты исследований представьте по форме таблицы 3.

Таблица 3 – Результаты проверки порога вкусовой чувствительности

Вид вкуса	Код образца	Порог вкусовой чувствительности
Сладкий	А/1	
	А/2	
	А/3	

Окончание таблицы 3

Вид вкуса	Код образца	Порог вкусовой чувствительности
Соленый	Б/1	
	Б/2	
	Б/3	
Кислый	В/1	
	В/2	
	В/3	
Горький	Г/1	
	Г/2	
	Г/3	

Испытуемый выдержал проверку в том случае, если определил вкус в растворах, содержащих следующую минимальную концентрацию веществ:

- сахарозы – 0,4%;
- поваренной соли – 0,1%;
- лимонной кислоты – 0,02%;
- хинина – 0,000 15%;
- сернокислого магния – 0,35%.

Задание 1.4. Изучение коллекции запахов

Термин «запах» используют для характеристики ощущений, воспринимаемых органами обоняния. Запах продуктов образуется в результате сложного сочетания разнообразных химических соединений: ароматических углеводородов, сложных эфиров, альдегидов, кетонов и т. д.

Различают семь основных групп запахов, которые формируют все существующие оттенки:

- камфорный (гексахлорэтан);
- мускусный (мускус, ксилол);
- цветочный (α -амилпиридин);
- мятный (ментол);
- эфирный (диэтиловый эфир);
- острый (муравьиная кислота);
- гнилостный (сероводород).

Обычный человек без труда различает до 1 000 запахов, а опытный специалист (дегустатор) – от 10 000 до 17 000.

При проверке способности определения и идентификации запахов испытуемый должен хорошо различать наиболее часто встречающиеся запахи. При этом важно знать характерные для различных продуктов пахучие и ароматические вещества, а также запахи, свойственные недоброкачественным продуктам.

Запах вишни и миндаля обусловлен наличием бензойного альдегида, присутствует в косточковых и семечковых плодах, а также во многих винах, ликерах и кондитерских изделиях.

Аромат шоколада обусловлен присутствием алкалоида теобромина, характерен для рома, виски, некоторых кондитерских изделий.

Пряный запах обусловлен содержанием эфирных масел в различных растениях (корица, ваниль, гвоздика, перец, лавр, базилик, чеснок и т. д.), присутствует во многих кондитерских изделиях, мясных копченостях, колбасах.

Запах этилового спирта присутствует в спиртосодержащих напитках, при этом является признаком порчи для продуктов, содержащих сахар, если в них начинается процесс спиртового брожения.

Запах уксусной кислоты присутствует в плодовых и овощных маринадах, при этом признак порчи продуктов, содержащих незначительное количество спирта (пиво, квас, вино), как результат уксуснокислого брожения.

Запах плесени обусловлен развитием плесневых грибов на продуктах, хранившихся при высокой влажности окружающей среды.

Запах аммиака, или сероводорода, – признак порчи продуктов богатых белком (мясо, рыба, яйца, молоко), хранившихся при повышенной температуре длительное время.

Прогорклый запах признак порчи жиров и жиросодержащих продуктов (растительное масло, коровье масло, сыр, маргарин) в результате их окисления кислородом воздуха.

Используя предложенный набор обозначенных пахучих веществ, ознакомьтесь с коллекцией запахов. В рабочей тетради опишите личные обонятельные ощущения каждого запаха.

Задание 1.5. Проверка способности распознавать запахи

При определении способности распознавать запахи используйте предварительно подготовленные закодированные образцы пахучих веществ (не менее девяти образцов), помещенные в стеклянные бьюксы с притертой пробкой.

Считается, что испытуемый выдержал проверку, если из девяти предложенных образцов правильно определил запахи в восьми.

Задание выполните в следующем порядке:

1. Поочередно откройте бюксы, понюхайте их содержимое и определите вид запаха. Для более точной идентификации запахов можно использовать описания личных ощущений из задания 1.4.

2. Результаты исследований оформите в виде таблицы 4.

Таблица 4 – Результаты проверки способности распознавать запахи

Код образца	Вид запаха
-------------	------------

Задание 1.6. Проверка на цветовой дальтонизм (способность различать интенсивность цвета)

Основными цветами светового спектра являются синий, зеленый, красный, желтый. Для проверки дегустаторов (специалистов) на способность различать цвета и их интенсивность готовят 2%-ные растворы основных красящих веществ.

Положительным считается результат, если из десяти исследуемых растворов правильно расположены не менее восьми.

Задание выполните в следующем порядке:

1. Расставьте пробирки с рабочими растворами в порядке возрастания интенсивности окраски каждого цветового ряда.

2. Результаты проверки на цветовой дальтонизм представьте по форме таблицы 5.

Таблица 5 – Результаты проверки на цветовой дальтонизм

Цвет	Номер образца в порядке возрастания интенсивности цвета
Синий	
Зеленый	
Красный	
Желтый	

Контрольные вопросы

1. Что понимают под такими понятиями, как органолептическая оценка, сенсорный анализ, порог распознавания, «вкусовой» дальтонизм, цветовой дальтонизм?

2. Из чего состоит вкусовой анализатор человека?
3. Каким образом человек воспринимает цвет?
4. Сколько известно видов вкусов?
5. Как различаются по восприятию вкусовых ощущений различные области языка?
6. В каком случае дегустаторы признаются способными к идентификации вкуса?
7. Что понимают под порогом вкусовой чувствительности?
8. Какое значение имеет запах при сенсорном анализе качества пищевых продуктов?
9. Для каких пищевых продуктов прогорклый запах является признаком порчи?
10. Для каких пищевых продуктов спиртовой запах является признаком порчи?
11. Из каких процессов складывается восприятие запаха человеком?
12. Какие ощущения характеризуют термины «запах», «аромат», «букет»?
13. Как формируются зрительные ощущения человека?
14. Какие цвета спектра, видимого человеком, являются основными?
15. При каких условиях должен проводиться сенсорный анализ качества пищевых продуктов?

Лабораторная работа 2 **ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА**

Цели работы – изучить основные понятия, используемые при титриметрическом методе анализа; овладеть методиками определения различных химических соединений методами титриметрии.

Материальное обеспечение

1. Мерные колбы на 100 и 250 мл.
2. Конические колбы на 250–300 мл (4 шт.), 500 мл (1 шт.).
3. Мерные пипетки на 25 мл (4 шт.).
4. Воронки стеклянные диаметром от 75 до 100 мм.
5. Палочки стеклянные.
6. Установка для титрования.
7. Серная или соляная кислота для методов алкалиметрии.
8. Раствор гидроксида натрия 0,1Н.

9. Раствор карбоната натрия.
10. Дистиллированная вода.
11. Фенолфталеин.
12. Майонез разных изготовителей 50 г.
13. Дистиллированная вода.
14. Резиновые пробки.
15. Бюксы.
16. Раствор нитрата серебра 0,1Н.
17. Раствор хромата калия K_2CrO_4 5%-ный.
18. Образцы смесей, содержащих поваренную соль.
19. Весы.

Задание 2.1. Определение граммowego содержания кислоты в растворе

Задание выполните в следующем порядке:

1. Доведите объем кислоты в мерной колбе на 100 мл дистиллированной водой до уровня на 0,5–1,0 см ниже метки, последние капли воды добавьте пипеткой до метки, при этом глаз должен быть на уровне метки.

2. Закройте колбу резиновой пробкой и тщательно перемешайте раствор.

3. Чистую пипетку ополосните дважды приготовленным раствором кислоты и затем отберите ею 25 мл раствора кислоты и количественно перенесите этот объем в чистую коническую колбу на 250–300 мл.

4. Прибавьте в колбу еще 1–2 капли фенолфталеина и титруйте раствор кислоты раствором едкого натрия. С этой целью установите уровень раствора гидроксида натрия в бюретке на нуле, кончик бюретки должен быть заполнен раствором едкого натрия и не должен содержать пузырьков воздуха.

5. Поставьте колбу с кислотой на белую подставку и титруйте при перемешивании раствором гидроксида натрия до появления не исчезающего в течение 10–20 с бледно-розового окрашивания.

6. Титрование повторите 2–3 раза до сходных результатов.

7. Результаты титрования запишите в лабораторный журнал по форме таблицы 6.

Таблица 6 – Результаты титрования проб кислоты раствором гидроксида натрия

Проба	Количество мл гидроксида натрия, взятое для титрования пробы
-------	---

8. На основании полученных результатов определите следующее:

- среднее значение объема раствора NaOH, взятого для титрования пробы (V_{NaOH});
- нормальность раствора кислоты (N_{HAn}) по формуле

$$N_{HAn} = \frac{V_{NaOH} \cdot N_{NaOH}}{V_{HAn}},$$

где V_{NaOH} – среднее значение раствора гидроксида натрия, взятое для титрования, мл;

N_{NaOH} – нормальность раствора гидроксида натрия (0,1N);

V_{HAn} – объем раствора кислоты (аликвота), взятый для титрования (25 мл);

- граммовое содержание кислоты (Q_{HAn}) в объеме мерной колбы по формуле

$$Q_{HAn} = \frac{N_{HAn} \cdot \mathcal{E}_{HAn} \cdot V_K}{1000},$$

где \mathcal{E}_{HAn} – эквивалент кислоты;

V_K – объем мерной колбы, мл.

Задание 2.2. Определение кислотности майонеза

Задание выполните в следующем порядке:

1. Предварительно оцените органолептические показатели представленных образцов майонеза, обратив внимание на интенсивность проявления кислого вкуса в разрезе каждого из исследуемых образцов. Результаты данной оценки представьте по форме таблицы 7.

2. В коническую колбу налейте 50 мл дистиллированной воды и взвесьте по 2–3 г майонеза каждого наименования, записывая результат в граммах до второго десятичного знака.

3. Перемешайте содержимое круговыми движениями до полного растворения майонеза и титруйте 0,1N раствором гидроксида натрия в присутствии 1–2 капель фенолфталеина до появления бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Таблица 7 – **Фактические результаты оценки органолептических показателей качества исследуемых образцов**

Показатель качества	Характеристика показателей образцов	
	Образец 1 производства (указать изготовителя)	Образец 2 производства (указать изготовителя)

4. Кислотность майонеза в пересчете на уксусную или лимонную кислоту в процентах (X) вычислите по формуле

$$X = 100 \cdot \frac{V \cdot K \cdot N}{m},$$

где V – количество 0,1Н раствора гидроксида натрия, взятое для титрования, мл;

K – поправочный коэффициент к титру 0,1Н раствора гидроксида натрия;

N – коэффициент пересчета, равный: 0,006 – для пересчета на уксусную кислоту; 0,006 4 – для пересчета на лимонную кислоту;

m – масса майонеза, г.

5. Конечный результат выразите как среднее арифметическое из двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

6. Вычисления проведите до третьего десятичного знака с последующим округлением результата до второго десятичного знака.

7. Полученные результаты сравните с требованиями технических нормативных правовых актов (ТНПА) и сформулируйте вывод о корреляции данных органолептической оценки и результатов физико-химических исследований.

Задание 2.3. Определение содержания поваренной соли в объекте

Задание выполните в следующем порядке:

1. На аналитических весах взвесьте бюкс с навеской образца, в котором определите содержание NaCl.

2. Навеску перенесите без потерь через воронку в мерную колбу на 250 мл, тщательно смывая кристаллы холодной водой, добавьте в колбу примерно $\frac{1}{3}$ ее объема дистиллированной воды до полного растворения навески.

3. После полного растворения навески добавьте дистиллированной

воды в колбу до метки, колбу закройте пробкой, раствор тщательно перемешайте.

4. Бюкс с остатками анализируемого вещества взвесьте повторно на аналитических весах и по разности двух взвешиваний найдите массу навески.

5. Пипетку ополосните 2-3 раза анализируемым раствором, отмерьте пипеткой 25 мл раствора в коническую колбу, прибавьте раствор индикатора хромата калия и титруйте раствором AgNO_3 до изменения цвета осадка с лимонно-желтого до желто-розового. Сильно перетитрованный раствор имеет кирпично-красную окраску.

6. Титрование проводят 2-3 раза до получения сходных результатов.

7. На основании полученных результатов рассчитайте следующее:

- нормальность анализируемого раствора (N_{NaCl}) по формуле

$$N_{\text{NaCl}} = \frac{N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3}}{V_{\text{NaCl}}},$$

где N_{AgNO_3} – нормальность раствора азотнокислого серебра (0,1N);

V_{AgNO_3} – объем раствора AgNO_3 , взятый для титрования образца;

V_{NaCl} – объем раствора исследуемого образца, взятый для титрования (25 мл);

- количество NaCl в навеске (Q_{NaCl}) по формуле

$$Q_{\text{NaCl}} = \frac{N_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{колбы}} \cdot \mathcal{E}_{\text{NaCl}}}{1000},$$

где $V_{\text{колбы}}$ – 250 мл;

N_{NaCl} – нормальность раствора исследуемого образца, определенная из предыдущей формулы;

$\mathcal{E}_{\text{NaCl}}$ – эквивалент NaCl ;

- содержание NaCl в процентах в анализируемом образце по формуле

$$\text{NaCl} = \frac{Q_{\text{NaCl}}}{\text{навеска}} \cdot 100.$$

Контрольные вопросы

1. Что понимается под титрованием?
2. Какие вещества называют индикаторами? (привести примеры).

3. Какой цвет будут иметь фенолфталеин в чистой воде; в растворе кислоты; в растворе щелочи?
4. К какой группе методов титрования относят алкалиметрию? Какова специфика данного метода титрования?
5. Какие вещества можно количественно определять с использованием алкалиметрии при анализе пищевых продуктов?
6. Какие титриметрические методы относят к группе методов осадительного титрования?
7. В чем заключается сущность аргентометрии? Какие вещества могут быть определены этим методом?
8. С чем связана ограниченность применения осадительного титрования на практике?

Лабораторная работа 3

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Цель работы – изучить специфику анализа потенциометрического метода и его применение для оценки качества пищевых продуктов.

Материальное обеспечение

1. РН-метр и инструкция к его использованию.
2. Стаканы мерные на 50 мл.
3. Колбы мерные на 250 мл.
3. Цилиндры мерные на 25 или 50 мл либо пипетки мерные на 25 или 50 мл.
3. Соки (или нектары).
4. Вода дистиллированная.
5. Раствор соляной кислоты.
6. Раствор гидроксида натрия 0,1Н (рабочий раствор).
7. Бумага фильтровальная.
8. Пробки для мерных колб.

Задание 3.1. Определение рН мутных растворов

Задание выполните в следующем порядке:

1. РН-метр включите в сеть прогревайте его 30 мин.
2. Для измерения рН установите кнопкой «Выбор» единицу измерения «рН».

3. Перед измерением pH проверьте прибор по стандартному буферному раствору.

4. После настройки по буферу тщательно промойте электроды дистиллированной водой.

5. Измерьте pH полученных растворов. После установления стабильных показаний (примерно в течение 3 мин) посчитайте результат измерения.

6. Для измерения электродвижущей силы (ЭДС) установите кнопкой «Выбор» единицу измерения «mV».

7. По окончании измерения электроды промойте и поместите в стакан с дистиллированной водой.

8. Результаты измерений pH предоставленных на занятие образцов соков и нектаров занесите в таблицу 8 (в качестве мутных растворов можно использовать различные соки и нектары: персиковый, томатный, мультифруктовый и др.).

Таблица 8 – Результаты определения pH исследуемых мутных растворов

Номер опыта	Объект исследования	Значение pH		
		1-я параллель	2-я параллель	Среднее значение
1	1. Сок или нектар (указать какой) 2. Разбавление 1:2 3. Разбавление 1:4			

По полученным данным сформулируйте вывод о влиянии степени разбавления на значения pH исследуемых образцов.

Задание 3.2. Потенциометрическое титрование

Задание выполните в следующей последовательности:

1. В бюретку залейте рабочий раствор гидроксида натрия (проверьте заполнение носика бюретки и положение мениска раствора) и получите от преподавателя задачу.

2. Контрольный образец (раствор соляной кислоты, предоставленный преподавателем) доведите в мерной колбе емкостью 250 мл до метки, закройте пробкой и тщательно перемешайте.

3. В стеклянный стаканчик емкостью 50 мл отлейте 25 мл приготовленного раствора кислоты и поместите в него электроды. Электроды предварительно промойте дистиллированной водой, для чего их несколько раз опустите в другой такой же стаканчик с дистилли-

рованной водой, меняя при этом воду, а затем промокните фильтровальной бумагой.

4. Измерьте pH раствора в соответствии с методикой, изложенной в задании 3.1.

5. После первого измерения pH контрольного раствора из бюретки по каплям (в начале титрования по 0,5 мл) прибавляйте рабочий раствор, осторожно и тщательно перемешивая. После прибавления каждой порции рабочего раствора и перемешивания измерьте pH раствора.

Следует отметить, что в начале титрования pH изменяется незначительно. Затем происходит резкое изменение этой величины, которая впоследствии вновь изменяется незначительно. *Титрование проводят до тех пор, пока pH раствора не станет равным 11–12.*

6. После того как pH раствора станет равным 11–12, титрование прекратите, раствор из стакана вылейте, электроды промойте дистиллированной водой, несколько раз меняя воду в стаканчике, и доведите значение pH до 6–8.

7. По окончании работы электроды поместите в стакан с дистиллированной водой и оставьте на столике прибора. Прибор выключите.

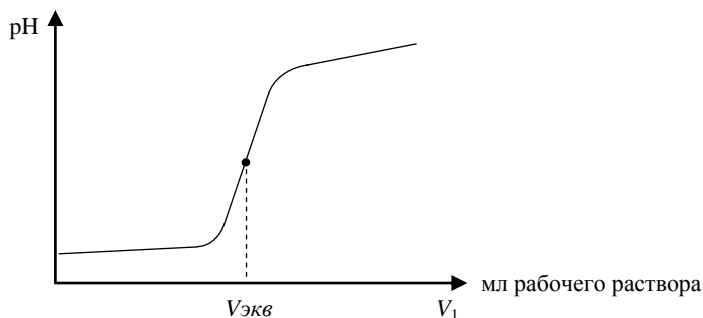
8. Полученные данные оформите в виде таблицы 9.

Таблица 9 – Результаты потенциометрического титрования сильной кислоты сильной щелочью

Количество прибавляемого рабочего раствора гидроксида натрия, мл	Значение pH
--	-------------

Используя данные таблицы 9, постройте график потенциометрического титрования, откладывая по оси ординат значения pH, а по оси абсцисс – количество миллилитров рабочего раствора, и определите точку эквивалентности по средней точке перегиба кривой титрования (рисунок).

Кривая титрования



Из средней точки перегиба опустите перпендикуляр на ось абсцисс и определите таким образом эквивалентный объем рабочего раствора.

Расчет нормальности контрольного раствора кислоты и граммовое содержание в нем вещества проведите по закону эквивалентов, используя следующую формулу:

$$N_{\text{к-ты}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot N_{\text{NaOH}}}{V_{\text{к-ты}}},$$

где V_{NaOH} – объем гидроксида натрия, взятый для титрования;

$V_{\text{к-ты}}$ – объем кислоты, взятый для титрования (25 мл);

N_{NaOH} – нормальность раствора гидроксида натрия (0,1N).

Граммовое содержание кислоты $Q_{\text{к-ты}}$ в объеме мерной колбы $V_{\text{к}}$ определите по формуле

$$Q_{\text{к-ты}} = \frac{N_{\text{к-ты}} \cdot \mathcal{E}_{\text{к-ты}} \cdot V_{\text{к}}}{1000},$$

где $V_{\text{к}}$ – объем колбы 250 мл;

$\mathcal{E}_{\text{к-ты}}$ – эквивалент соляной кислоты.

Контрольные вопросы

1. На чем основаны электрохимические методы анализа?
2. В чем заключается специфика потенциометрического метода анализа?
3. К какой группе потенциометрических методов анализа относят метод определения pH?
4. Какова специфика устройства pH-метра?
5. Какие факторы влияют на величину pH исследуемых растворов? Как будет изменяться величина pH раствора в случае его разбавления?
6. В чем заключается сущность потенциометрического титрования?

Лабораторная работа 4 **ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.** **РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА**

Цель работы – изучить сущность наиболее распространенного на

практике оптического метода анализа – рефрактометрического метода – и области его использования для оценки качества продуктов питания.

Материальное обеспечение

1. Рефрактометр Аббе.
2. Пипетки мерные на 5 и 10 мл.
3. Колбы конические на 50 мл.
3. Раствор глюкозы 5%.
4. Дистиллированная вода.
3. Фильтровальная бумага (или вата).
4. Фарфоровая чашечка.
5. Стеклянная палочка.
6. Натуральные образцы соков.

Задание 4.1. Определение концентрации глюкозы в растворе

Подготовка рефрактометра к работе. Перед началом работы проверьте нулевую точку прибора и правильность его показаний. Для этого откиньте верхнюю призму и с помощью небольшой пипетки поместите на нижнюю призму две или три капли дистиллированной воды, направьте зеркалом свет в окошечко призмы и посмотрите в отверстие. Если шкала видна нечетко, то, вращая навинчивающуюся головку окуляра, добивайтесь четкости изображения делений и цифр на шкале. Затем, поднимая или опуская рычаг, найдите в поле зрения линию раздела света и тени и совместите ее с пунктирной линией. Смотрите, на какое деление шкалы приходится линия раздела, совмещенная с пунктирной линией.

Шкала рефрактометра градуирована таким образом, что, когда прибор установлен по дистиллированной воде, содержание сухих веществ (нижняя шкала) на шкале равно нулю, а коэффициент преломления равен 1,333. При нанесении на призму рефрактометра растворов других веществ различной концентрации в зависимости от содержания в них сухих веществ и коэффициента их преломления происходит сдвиг границы светотени и соответственно изменяются показания прибора. Обычно показатель преломления определяют при температуре 20°C.

Задание выполните в следующей последовательности:

1. Подготовьте серию стандартных растворов глюкозы, для чего налейте в конические колбы, используя мерные пипетки, объемы воды и глюкозы, указанные в таблице 10.

Таблица 10 – **Исходные данные для приготовления рабочих растворов глюкозы, мл**

H ₂ O	9,5	9	8,5	8	7	6	5
Раствор глюкозы	0,5	1	1,5	2	3	4	5

2. Полученные растворы тщательно перемешайте и определите показатель преломления каждого из них. Для этого с помощью пипетки поместите 1–2 капли раствора между призмами рефрактометра, осветите призмы рефрактометра и наблюдайте в окуляр границу светотени.

3. Поворотом призм рефрактометра подведите границу темного поля к перекрестию по шкале, немного сдвиньте окуляр с равновесного положения и повторите определение.

4. С помощью ватного тампона удалите раствор с призм рефрактометра, промойте их дистиллированной водой, вытрите кусочком фильтровальной бумаги, налейте новый стандартный раствор и повторите определение.

5. Все результаты занесите в таблицу 11.

Таблица 11 – **Результирующие данные определения показателя преломления растворов глюкозы различной концентрации**

Содержание глюкозы в растворе, %	Показатель преломления (n) (по шкале) в разрезе параллелей		Среднее значение показателя преломления
	1-я параллель	2-я параллель	

6. По результатам анализа постройте калибровочный график, откладывая по шкале Y значения показателя преломления, по шкале X – содержание глюкозы в исследуемом образце раствора.

7. Получите у преподавателя контрольный раствор глюкозы неизвестной концентрации, определите с помощью рефрактометра его показатель преломления и по калибровочному графику концентрацию глюкозы в контрольном растворе.

Задание 4.2. Рефрактометрический метод определения содержания растворимых сухих веществ

Рефрактометрический метод определения содержания растворимых сухих веществ применяют только в том случае, когда в соответствующих стандартах на готовую продукцию имеется специальное указание (томатопродукты, соки, нектары, патока и др.).

Задание выполните в следующей последовательности:

1. На центральную часть поверхности нижней призмы нанесите

стеклянной палочкой, не касаясь призмы, каплю исследуемой жидкости и покройте нижнюю призму верхней.

2. После закрепления призм наблюдайте через окуляр поле зрения и, передвигая окуляр, найдите наиболее резкую границу между светлой и темной половиной поля зрения. Эту границу установите так, чтобы она совпала с пунктирной линией или центром кружка и отсчитайте непосредственно по шкале процентное содержание сухих веществ.

3. При отсчете показаний прибора отметьте температуру, при которой проводилось определение, так как показания шкалы прибора будут достоверными лишь при 20°C. Если определение проводят при иной температуре, то внесите соответствующую поправку (приложение).

4. За конечный результат принимайте среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,2%. Продолжительность анализа – 8–10 мин. Полученные значения сравните с требованиями ТНПА, регламентирующими качество исследуемого товароведного объекта.

5. Получите от преподавателя образцы соков и определите содержание растворимых сухих веществ в исследуемых образцах. Результаты определения показателя занесите в таблицу 12.

6. По результатам измерений сформулируйте вывод о соответствии качества образцов требованиям действующих ТНПА.

Таблица 12 – Результаты определения содержания растворимых сухих веществ в соках

Наименование образца	Содержание растворимых сухих веществ по шкале в разрезе параллелей, %		Среднее значение показателя
	1-я параллель	2-я параллель	

Контрольные вопросы

1. На чем основаны оптические методы анализа?
2. Какова сущность рефрактометрического метода анализа?
3. Как называют приборы, используемые для определения показателя преломления?
4. Что понимают под показателем преломления? От каких параметров зависит величина данного показателя?
5. Какие показатели качества можно определить рефрактометрическим методом?

6. Какие существуют иные оптические методы анализа?

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

Болотько, А. Ю. Сенсорный анализ : курс лекций / А. Ю. Болотько. – Могилев : МГУП, 2004. – 47 с.

Воскресенский, П. И. Техника лабораторных работ / П. И. Воскресенский. – Л. : Химия, 1980. – 718 с.

Дуборасова, Т. Ю. Сенсорный анализ пищевых продуктов. Дегустация вин : учеб. пособие / Т. Ю. Дуборасова. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Дашков и К°, 2007. – 184 с.

Качество и безопасность пищевых продуктов : учеб. пособие / З. В. Ловкис [и др]. – Минск : ИВЦ Минфина, 2010. – 398 с.

Парамонова, Т. Н. Экспресс-методы оценки качества продовольственных товаров / Т. Н. Парамонова. – М. : Экономика, 1988. – 111 с.

Родина, Т. Г. Сенсорный анализ продовольственных товаров : учеб. / Т. Г. Родина. – М. : Академия, 2004. – 208 с.

Рыбакова, Ю. С. Лабораторные работы по физической и коллоидной химии : учеб. пособие / Ю. С. Рыбакова. – М. : Высш. шк., 1989. – 111 с.

Физическая и коллоидная химия : учеб.-метод. пособие / А. С. Неверов [и др.]. – Гомель : БелГУТ, 2009. – 126 с.

Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика : в 2 кн. / Ю. Я. Харитонов. – М. : Высш. шк., 2001.

Дополнительная литература

Гольдаде, В. А. Физика конденсированного состояния / В. А. Гольдаде, Л. С. Пинчук ; под ред. Н. К. Мышкина. – Минск : Бел. навука, 2009. – 657 с.

Новиков, Г. И. Общая и экспериментальная химия : учеб. пособие / Г. И. Новиков, И. М. Жарский. – Минск : Соврем. шк., 2007. – 832 с.

Основы аналитической химии : в 2 кн. Кн. 2 : Методы химического анализа / под ред. Ю. А. Золотова. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Высш. шк., 2000. – 494 с.

СТБ ИСО 6554-2007. Методы профильного анализа флейвора. – Введ. 01-07-2007. – Минск : Госстандарт : Бел. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2007. – 10 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Поправочные коэффициенты при определении показателя преломления

$t, ^\circ\text{C}$	Поправки на температуру при содержании сухих веществ, %														
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70
<i>От найденного содержания сухих веществ нужно отнять</i>															
10	0,50	0,54	0,58	0,61	0,64	0,66	0,68	0,70	0,72	0,73	0,74	0,75	0,76	0,78	0,79
11	0,46	0,49	0,53	0,55	0,58	0,60	0,62	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71
12	0,42	0,45	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,61	0,63	0,63
13	0,37	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,54	0,55
14	0,33	0,35	0,37	0,39	0,40	0,42	0,42	0,43	0,44	0,45	0,45	0,46	0,46	0,47	0,48
15	0,27	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,36	0,37	0,37	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40
16	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,32	0,32
17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24
18	0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,015	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
<i>К найденному содержанию сухих веществ нужно прибавить</i>															
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
23	0,19	0,20	0,21	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24
24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32
25	0,33	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
26	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,47	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
27	0,48	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56
28	0,56	0,57	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64
29	0,64	0,66	0,68	0,69	0,71	0,72	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73
30	0,72	0,74	0,77	0,78	0,79	0,80	0,80	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81

СОДЕРЖАНИЕ

Пояснительная записка.....	3
Примерный тематический план лабораторных работ	4
Лабораторная работа 1. Характеристика ощущений и их значение в оценке качества пищевых продуктов.....	4
Лабораторная работа 2. Титриметрический метод анализа.....	10
Лабораторная работа 3. Электрохимические методы исследования. Потенциометрический метод анализа.....	15
Лабораторная работа 4. Оптические методы исследования. Рефрактометрический метод анализа	18
Список рекомендуемой литературы	22
Приложение.....	23

Учебное издание

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ИССЛЕДОВАНИЙ

**Практикум
для реализации содержания образовательных
программ высшего образования I ступени**

Авторы-составители:

Ухарцева Ирина Юрьевна

Кадолич Жанна Владимировна

Суворова Елена Николаевна

Редактор Т. В. Гавриленко

Компьютерная верстка Н. Н. Короедова

Подписано в печать 17.08.15. Формат 60 × 84 ¹/₁₆.

Бумага типографская № 1. Гарнитура Таймс. Ризография.

Усл. печ. л. 1,39. Уч.-изд. л. 1,50. Тираж 90 экз.

Заказ №

Издатель и полиграфическое исполнение:

учреждение образования «Белорусский торгово-экономический
университет потребительской кооперации».

Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий

№ 1/138 от 08.01.2014.

Просп. Октября, 50, 246029, Гомель.

<http://www.i-bteu.by>

БЕЛКООПСОЮЗ

УЧРЕЖДЕНИЕ ОБРАЗОВАНИЯ

**«БЕЛОРУССКИЙ ТОРГОВО-ЭКОНОМИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ ПОТРЕБИТЕЛЬСКОЙ КООПЕРАЦИИ»**

Кафедра товароведения

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ИССЛЕДОВАНИЙ

Практикум

**для реализации содержания образовательных
программ высшего образования I ступени**

Гомель 2015